

# **ANALYSE À L'ÉCHELLE MICRO ET MACROSCOPIQUE DES MÉCANISMES DE RETRAIT ET DE GONFLEMENT DES SOLS ARGILEUX**

## **ANALYSIS AT MICRO AND MACROSCOPIC SCALES OF SHRINKAGE AND SWELLING MECHANISMS OF CLAYEY SOILS**

Tatiana MAISON<sup>1,2</sup>, Farid LAOUAFA<sup>1</sup>, Jean-Marie FLEUREAU<sup>2</sup>

<sup>1</sup> INERIS – Verneuil-en-Halatte, France

<sup>2</sup> Laboratoire MSSMat, UMR CNRS 8579, Ecole Centrale Paris, Châtenay-Malabry, France

**RÉSUMÉ** – Cette communication présente l'analyse expérimentale, menée au MEBE, du retrait et du gonflement d'une argile. Un cycle d'humidification-séchage est imposé dans la chambre du MEBE. Parallèlement, un essai de séchage à l'air libre sur une galette d'argile a été réalisé. Les premières observations semblent montrer une certaine réversibilité du gonflement. Toutefois un réassemblage des grains s'apparentant à une précipitation de petits grains s'est initié. Les formes géométriques des galettes d'argile ne semblent pas présenter d'influence sur le comportement au séchage à l'air libre de l'argile.

**ABSTRACT** – This paper presents some experimental analyses performed, within an ESEM, of the shrinkage and swelling of a clay. A wetting-drying cycle is imposed in the ESEM chamber. At the same time, a free air drying on a pancake of clay was carried out. The first observations with the ESEM show a quasi-reversibility of the swelling but with a kind of precipitation of small clay grains. The shape of the pancakes does not seem to have any influence on the clay behaviour under free air drying.

### **1. Introduction**

Le réchauffement climatique, reconnu par une grande partie de la communauté scientifique, peut induire des périodes de sécheresse dans les régions tempérées à équatoriales. Cette sécheresse a engendré ces dernières années des conséquences de grande ampleur sur les sols argileux. Ces sols, très sensibles à l'hygrométrie, ont la particularité de se dilater (gonflement) et de se contracter (retrait) selon l'évolution de leur teneur en eau, dépendant, entre autres, de la pluviométrie, de l'hygrométrie et de la température (Tessier et al., 2006). Ces phénomènes de retrait/gonflement ont deux conséquences majeures : la modification des propriétés physiques du sol et les déformations induisant des tassements différentiels.

L'amélioration de la connaissance des mécanismes physico-chimiques mis en jeu à l'échelle locale lors du retrait et du gonflement des matériaux argileux nous semble une étape incontournable pour la caractérisation de la sensibilité des sols de cette nature et de leur prédisposition vis-à-vis du phénomène de retrait/gonflement.

Dans l'objectif de mieux comprendre ces phénomènes, des travaux expérimentaux ont été menés sur une argile naturelle homogène : la montmorillonite grecque. De part son homogénéité et sa caractérisation physico-chimique déterminés en laboratoire (Fleureau et al., 1992 ; Souli et al., 2004), on la considère dans cette étude comme une argile « modèle ». Elle est analysée sous deux formes structurales : sous forme de poudre composée de particules « discrètes » et sous forme de pâte assimilée à un milieu continu. La poudre a été observée à l'aide d'un Microscope Electronique à Balayage Environnemental (MEBE), en lui appliquant des cycles d'humidification/séchage dans une ambiance à humidité relative (Hr). Quant à la pâte, préparée sous forme de galette, elle est séchée à l'air libre. Les premières observations issues du MEBE montrent que les déformations engendrées par le gonflement présentent une certaine anisotropie et semblent être quasi-réversibles après séchage. Pour les galettes d'argile, le retrait considérable s'est révélé hétérogène. La forme géométrique des galettes après séchage témoigne de l'intensité des contraintes internes générées par le retrait.

## 2. Caractéristiques de la montmorillonite grecque

L'argile analysée est issue des dépôts d'Ankeria, situés dans l'île de Milos, dans l'archipel des Cyclades, au sud de la mer Egée. Du point de vue géologique, cette île fait partie de la partie Sud-Ouest de l'arc volcanique égéen, qui a été créé à partir de la subduction de la plaque africaine sous la marge déformée de la plaque eurasiatique (Christidis et Dunham, 1993). L'argile a été prélevée dans la partie Nord-Est de l'île de Milos. Il s'agit d'une montmorillonite calcique naturelle dont les caractéristiques géotechniques (Tableau I) permettent de la classer comme une argile plastique à fort potentiel de gonflement (Fleureau et al., 1992). Elle présente une capacité d'échange cationique (CEC) de 104,4 meq/100g et une surface spécifique de 61,76 m<sup>2</sup>/g (Christidis et al., 1997).

Tableau I. Caractéristiques géotechniques de l'argile grecque (Fleureau et al., 1992)

Granulométrie	< 80 µm (%)	100	Compactage Proctor Normal (OPN)	w (%)	40
	< 2 µm (%)	40		$\gamma_d$ (kN/m <sup>3</sup> )	11
	d <sub>50</sub> (µm)	4	Compactage Proctor Modifié (OPM)	w (%)	29
Plasticité	w <sub>L</sub> (%)	170		$\gamma_d$ (kN/m <sup>3</sup> )	14,3
	w <sub>p</sub> (%)	60	Compactage sous forte contrainte	w (%)	8,2
	I <sub>p</sub> (%)	110		$\gamma_d$ (kN/m <sup>3</sup> )	21,0
Densité des grains	G <sub>s</sub>	2,73			

Le diffractogramme de rayons X effectué sur cette argile (Figure 1) montre une première réflexion (plan 001) à 1,5 nm propre aux montmorillonites calciques (Souli et al., 2004). La bande (060) à 0,149 nm révèle le caractère dioctaédrique de cette dernière. Ce caractère est confirmé par la bande de vibration de Al<sub>2</sub>OH à 915 cm<sup>-1</sup> observée sur le spectre infrarouge. L'apparition d'un épaulement à 3220 cm<sup>-1</sup> est également caractéristique d'une argile calcique.

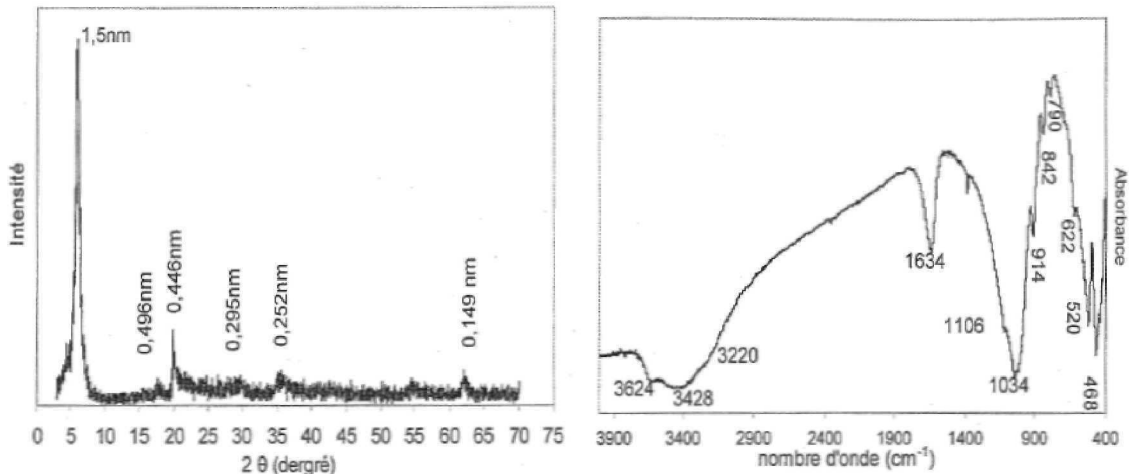


Figure 1. Diffractogramme de rayons X (à gauche) et spectre infrarouge (à droite) de l'argile grecque (Souli et al., 2004)

## 3. Analyse au Microscope Electronique à Balayage Environnemental (MEBE)

Le MEBE est un microscope qui permet d'observer des échantillons dans des conditions environnementales contrôlées (température, pression, hygrométrie). La particularité du MEBE est d'avoir un système de pompage différentiel qui sépare la chambre (lieu de localisation de l'échantillon) de la colonne (par où passe le faisceau d'électrons). Ainsi la colonne est soumise à un vide élevé (10<sup>-5</sup> Torr : 1 Torr vaut 1,3332.10<sup>2</sup> Pa), alors que dans la chambre règne une

pression de quelques Torr (0,1 à 20 Torr). Le gaz utilisé lors de nos expériences est la vapeur d'eau, qui joue à la fois le rôle de gaz d'ionisation pour la formation de l'image, et de fluide d'hydratation.

Le mode « environnemental » permet l'observation des échantillons sans préparation préalable, comme par exemple la métallisation à l'or ou au carbone, indispensables en mode classique. Ainsi on préserve la structure des échantillons et leur teneur en eau naturelle. Par effet Peltier, il est possible d'imposer une température et, par l'intermédiaire du contrôle de la pression dans la chambre d'observation, d'effectuer des analyses sous hygrométrie contrôlée. Le MEBE ne permet malheureusement que des observations microscopiques de la surface. Les essais réalisés (hydratation, séchage) peuvent être monotones avec ou sans palier, mais également cycliques ; leur vitesse dépend de l'expérimentation. Des travaux ont déjà été menés sur des argiles au sein d'un MEBE (Montes, 2002 ; Lloret et al., 2004).

#### **4. Essais expérimentaux**

La montmorillonite grecque est donc utilisée pour servir d'argile « modèle », de par son homogénéité et sa caractérisation géotechnique connue et relativement complète. Stockée sous forme de poudre, elle est analysée dans deux états : sous forme de grains discrets et sous forme de pâte continue.

##### **4.1. Mode opératoire**

L'étude de l'argile sous forme de grains, consiste à disposer quelques grains d'argile sur un adhésif double face carbone, afin d'éviter les effets de charge sur le support, et de fixer les grains. La taille maximale de ces grains n'excède pas 1 mm de diamètre.

L'étude sous forme de pâte, quant à elle, consiste à préparer un mélange d'argile et d'eau, à hauteur de 1,5 fois la limite de liquidité ( $w_L$ ) de la-dite argile (dans le cas de la montmorillonite grecque  $w_L = 170\%$ ). Le mélange est malaxé pendant 24 h à vitesse modérée, afin d'éviter la création de bulles d'air parasites et d'obtenir une pâte relativement homogène. Cette pâte est ensuite disposée sur des supports (quelques  $\text{cm}^2$ ) en laiton de formes carrées ou circulaires et de profondeurs diverses (1 à 2 mm) (Figure 2).

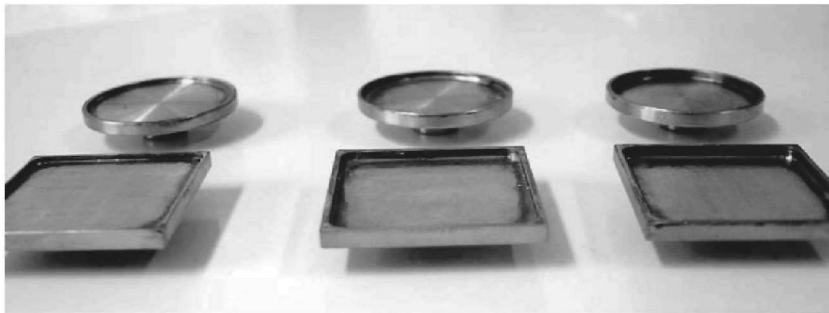


Figure 2. Supports en laiton carrés et circulaires, destinés à l'observation de l'argile sous forme de pâte séchée à l'air libre

##### **4.2. Conditions environnementales**

L'argile sous forme de grains observée, dans le MEBE, a été soumise à un cycle d'humidification-séchage en trois étapes ainsi définies :

1. Etat initial, à  $T = 10^\circ\text{C}$ ,  $P = 732\text{ Pa}$ ,  $\text{Hr} = 60\%$ .
2. Humidification,  $\text{Hr} = 90\%$ .
3. Séchage, retour aux conditions environnementales initiales.

Dans cette étude, ces phases sont appliquées instantanément. Elles peuvent cependant être appliquées plus progressivement par des paliers successifs. Les sollicitations hydriques dont l'évolution est « continue » et graduelle nécessitent beaucoup de temps. Des analyses en conditions plus progressives sont en cours de réalisation.

Une étude a été menée en parallèle sur des galettes d'argile, disposées à l'extérieur du MEBE et dans les supports en laiton. Le but de cette expérience est d'analyser d'un point de vue macroscopique la texture des galettes après un séchage à l'air libre (séchage continu). Les conditions environnementales sont celles de la pièce :  $T = 23^{\circ}\text{C}$  et  $H_r = 40\%$ .

#### 4.3. Observations au MEBE du comportement des grains

L'expérimentation permet d'étudier le comportement des grains alors qu'ils sont globalement isolés ou distincts les uns des autres. Au sein d'un sol, les grains sont liés entre eux et il est admis que ces liaisons peuvent, dans certains cas, favoriser ou, dans d'autres configurations, empêcher le gonflement (Tessier et al., 2006). Dans cette configuration discrète constituée par les grains (formant des agrégats), l'indépendance de ceux-ci sur l'adhésif carbone leur permet d'évoluer assez librement, au gré des humidifications et des séchages.

Un exemple d'observation faite au cours du cycle d'humidification-séchage est présenté sur la Figure 3.

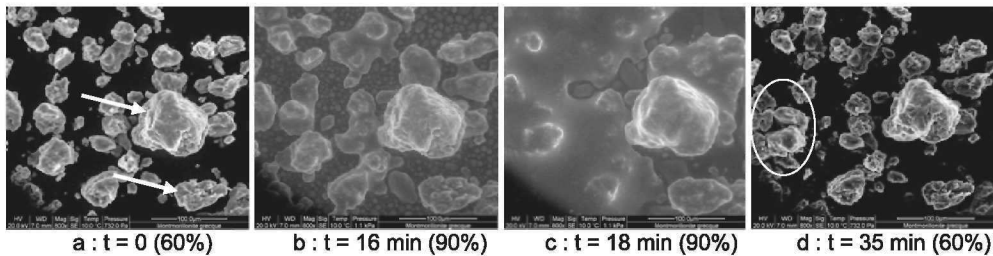


Figure 3. Distribution et taille des grains à : (a) 60% d'Hr, (b) et (c) 90% d'Hr, (d) 60% d'Hr après séchage (Agrandissement x 800,  $T = 10^{\circ}\text{C}$ )

Le gonflement, généré par l'humidification, peut être « quantifié » en considérant deux particules (une « grosse » et une de dimension « moyenne »), désignées par les flèches blanches sur la figure 3a. En considérant deux distances, prises à des points particuliers de la particule, on peut estimer la déformation relative des deux segments de droites et en déduire l'équivalent d'une déformation (Figure 4).

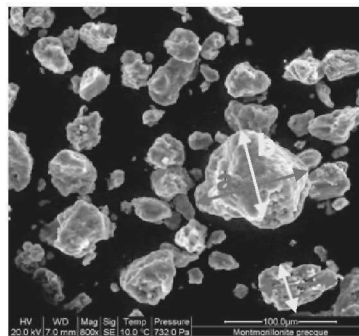


Figure 4. Distances prises en compte sur la particule pour les mesures de gonflement

Les mesures des deux longueurs (a et b) de la grosse particule, obtenues à 60 et 90% d'Hr, montrent que les déformations engendrées par le gonflement ne sont pas isotropes.

Dans la direction z, perpendiculaire au plan d'observation, le gonflement n'est pas

quantifiable par le MEBE. Cependant, au vu des observations, on peut aisément penser que les déformations sont du même ordre de grandeur, si ce n'est plus, car la déformation  $\epsilon_z$  n'est pas empêchée par l'adhésif. Selon la configuration de la particule (forme elliptique ou ronde par exemple), les proportions du gonflement varient. Cependant, il semble qu'il faille prendre en compte au moins deux paramètres :

- les grains sont fixés sur un adhésif double face carbone. Un phénomène de frottement plus ou moins prononcé a lieu à la base de ces grains et empêche une partie de la déformation parallèle au plan d'observation ;
- l'humidification a été arrêtée dès que le champ de vision était saturé en eau et donc l'imagerie inexploitable. L'eau n'a pas pu pénétrer au cœur de la particule. On n'observe donc qu'un gonflement partiel lié à une déformation des couches superficielles de la particule.

Lors du séchage, les grains reviennent quasiment à leur état initial en termes de dimensions. Cependant, en ce qui concerne la distribution des grains, des changements notables se sont produits, notamment au niveau des petits grains. En effet, on note une réorganisation, allant même jusqu'à une forme de précipitation (Figure 3d, ellipse blanche).

#### 4.4. Séchage des galettes d'argile à l'air libre

Une expérience a été menée en parallèle sur des galettes constituées par la même argile, placées dans des supports en laiton. Le but était d'analyser le comportement au retrait de ces échantillons et d'analyser l'influence de la forme du support-galette et également celle de la profondeur du support (trois profondeurs différentes : 1 – 1,5 et 2 mm).

Une fois le mélange effectué, la pâte est déposée dans le support de sorte à ce qu'il n'y ait pas de bulles d'air et que la surface soit la plus plane possible (Figure 5a).

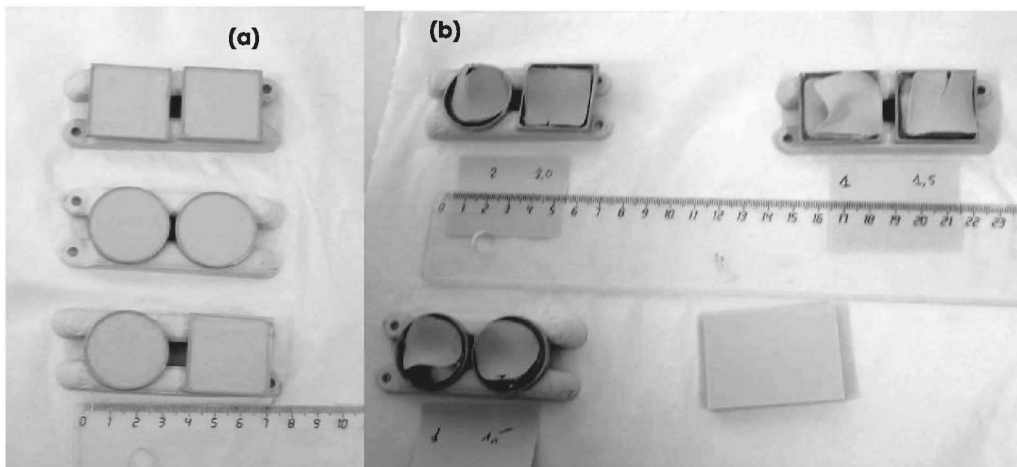


Figure 5. Aspect des galettes d'argile (a) avant séchage à l'air libre et (b) après séchage à l'air libre

Après 24h d'un séchage continu dans une atmosphère sensiblement constante, les galettes très déformées présentaient l'aspect de « chips » continues (Figure 5 b). Les déformations engendrées par le retrait pour les galettes circulaires et carrées s'apparentent à celles observées lors d'un voilement de plaques ou de coques circulaires. Une fissuration apparaît cependant sur les galettes de 1,5 et 2 mm, laissant à penser que plus l'épaisseur est grande, plus le matériau tend vers un comportement fragile. Pour les galettes carrées, la déformation est un peu moins marquée. Le retrait n'est pas uniforme et s'est déroulé en deux temps. Ces observations montrent l'intensité des contraintes internes liées au retrait libre, qui ont conduit les galettes à se déformer en se voilant (tel qu'observé sur les plaques). On observe également

que, plus l'épaisseur est importante, moins ce phénomène est prononcé. Avant et après l'expérience, les supports et leur contenu ont été pesés (Tableau II).

L'évolution générale des mesures semble cohérente. L'épaisseur croissante des galettes augmente le poids des galettes d'argile. Les pertes calculées (Tableau II, en pourcents) sont semblables, et de plus identiques, pour tous les supports circulaires et carrés : la forme de la galette n'a pas d'influence sur la quantité d'eau évaporée lors du séchage. La perte d'eau n'augmente pas avec l'épaisseur mais la cinétique d'évaporation est certainement différente. En effet, la surface d'échange air-eau conditionne la vitesse de séchage ou de retrait.

Tableau II. Pesées des galettes d'argile avant et après séchage

Supports	Ep. (mm)	Poids de la galette avant séchage (Pi) (g)	Poids de la galette après séchage (g)	Surface d'échange air-eau (mm <sup>2</sup> )	Perte <sup>(a)</sup>
Cylindrique	1	0,89	0,309	706,858	65,281
	1,5	1,312	0,456	706,858	65,244
	2	1,704	0,592	706,858	65,258
Carré	1	1,137	0,399	900	64,908
	1,5	1,67	0,579	900	65,329
	2	2,146	0,741	900	65,471

(a) : Perte d'eau (% , par rapport à Pi)

## 5. Conclusions

Les analyses menées sur la montmorillonite grecque ont comporté deux volets. Un cycle d'humidification-séchage réalisé dans un MEBE sur des particules d'argile isolées et un séchage à l'air libre sur des galettes d'argile continues. Les observations microscopiques au MEBE ont montré une répartition progressive de l'eau sous forme de ménisques jusqu'à saturation du milieu. Les déformations engendrent le gonflement. Elles semblent présenter une certaine anisotropie en regard des mesures effectuées sur des particules. On peut noter également une réversibilité du phénomène après séchage en termes de dimensions mais une forme de précipitation a été constatée sur les petits grains. Le séchage à l'air libre de galettes d'argile a montré que le retrait n'était pas homogène. Des phénomènes de flambement et de voilement ont été observés. Cependant, dans le cadre de nos essais, la forme et l'épaisseur de la galette n'ont pas d'influence sur la quantité d'eau évaporée. En termes de perspectives, des temps de saturation totale plus longs seront imposés aux grains. Le séchage des galettes sera mené dans le MEBE afin de pouvoir comparer les conséquences du séchage. Ces mêmes expériences seront menées sur des argiles naturelles, provenant de sites affectés par la sécheresse, telles que la marne de Mormoiron, l'argile de Poitiers et la marne d'Argenteuil. En parallèle, une caractérisation sera lancée par B.E.T., diffraction aux rayons X et microscopie optique afin de compléter les observations du MEBE. Des essais mécaniques seront également effectués afin de pouvoir observer l'influence du chargement sur le drainage de l'eau.

## 6. Références bibliographiques

- Christidis G.E., Dunham A.C. (1993) Compositional variations in smectites : Part I. Alteration of intermediate volcanic rocks. A case study from Milos island, Greece. *Clay Minerals*, 28, 255-273.
- Christidis G.E., Scott P.W., Dunham A.C. (1997) Acid activation and bleaching capacity of bentonites from the islands of Milos and Chios, Aegean, Greece. *Applied Clay Science*, 12, 329-347.
- Fleureau J.M., Soemitro R., Taibi S. (1992) Behavior of an expansive clay related to suction. 7<sup>th</sup> *International Conference on Expansive Soils*, Dallas, Août, 1, 173-178.
- Lloret A., Romero E., Villar M.V. (2004) FEBEX II Project: Final Report on thermo-hydro-mechanical laboratory tests. *Madrid, Rapport ENRESA*.

- Montes-H. G. (2002) Etude expérimentale de la sorption d'eau et du gonflement des argiles par microscopie à balayage environnementale (ESEM) et l'analyse digitale d'images. *Strasbourg, Ecole et observatoire des sciences de la terre.*
- Souli H., Fleureau J.M., Trabelsi-Ayadi M., Kbir-Arighuib N. (2004) Etude hydromécanique et physico-chimique d'une montmorillonite pour barrière anti-pollution. *JNGGI Lille 2004*, 175-182.
- Tessier D., Blaise F., Coquet Y., Courbet C., Priem J., Lemaire Y., Trillaud S. (2006) Analyse comparative de politiques de prévention du risque de « sécheresse géotechnique » – Modélisation et visualisation du phénomène. *Versailles, rapport INRA.*